

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

This Page Blank (uspto)

XP-002054310

- 1/1 - (C) WPI / DERWENT
- AN - 79-04605B ç03!
- PR - JP770037229 770331; JP850026110 770425
- TI - Surfactant compsns. for perfumes, cosmetics and cleaning agents - contain an amphoteric surfactant made from poly:amine, halo-carboxylic acid salt and natural fats and oils
- IW - SURFACTANT COMPOSITION PERFUME COSMETIC CLEAN AGENT CONTAIN AMPHOTERIC SURFACTANT MADE POLY AMINE HALO CARBOXYLIC ACID SALT NATURAL FAT OIL
- PA - (SANY-N) SANYO KK
- PN - JP53121007 A 781023 DW7903 000pp
- JP60025479B B 850618 DW8528 000pp
- ORD - 1978-10-23
- IC - A61K7/06 ; C11D1/88
- FS - CPI
- DC - D21 E16
- AB - J53121007 Surfactant compsns. contain an amphoteric surfactant obtd. by reacting with a cpd. of formula (II) the reaction prod. from natural fats and oils and polyamine of formula In the formulae, R1-4 = H, 1-4C alkyl or - (CH2CH2O)pH, where p is integer; m = 0-4; n = 2-6; X = halogen; R5 = 1-4C alkylene; M = alkali metal.
 - The compsns. are slightly coloured. do not contain hazardous material like methanol, do not irritate the skin when used in shampoos, etc.

This Page Blank (uspto)

⑨日本国特許庁
公開特許公報

⑩特許出願公開
昭53—121007

⑤Int. Cl. ²	識別記号	⑥日本分類	庁内整理番号	④公開 昭和53年(1978)10月23日
C 11 D 1/88	C E B	19 F 2	7344—46	
A 61 K 7/06		19 F 2	7419—46	発明の数 1
		31 C 0	2115—46	審査請求 有
		13(9) D 13	7003—4A	

(全 5 頁)

④化粧品・洗浄剤用界面活性剤組成物

京都市右京区嵯峨野秋街道町16—75

①特 願 昭52—37229
②出 願 昭52(1977)3月31日
⑦発 明 者 村井和浩
八尾市亀井町3—2—38
同 高橋博

⑧発 明 者 永井邦夫
高槻市月見町2—17
⑨出 願 人 三洋化成工業株式会社
京都市東山区一橋野本町11番地
の1

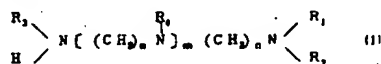
明 細 書

1. 発明の名称

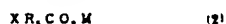
化粧品・洗浄剤用界面活性剤組成物

2. 特許請求の範囲

天然油脂と一般式(1)



〔式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 はそれぞれ独立にH、 $C_1 \sim C_4$ のアルキル基または $-(CH_2CH_2O)_pH$ （但しpは整数）であり、mは0～4の整数、nは2～6の整数である。〕で示されるポリアミンとの反応生成物に一般式(2)



〔式中Xはハロゲン原子、 R_5 は $C_1 \sim C_4$ のアルキル基、Mはアルカリ金属である〕で示される化合物を反応させて得られる両性界面活性剤を含有する化粧品・洗浄剤用界面活性剤組成物。

3. 発明の詳細な説明

本発明は化粧品・洗浄剤用界面活性剤組成物に関するものである。さらに詳しくは天然油脂

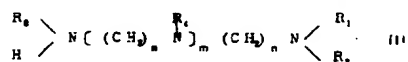
より誘導される特定の両性界面活性剤を含有する化粧品・洗浄剤用界面活性剤組成物に関するものである。

両性界面活性剤組成物は皮膚、眼粘膜に対する刺激性が少く、シャンプー、ヘアーリンス剤などの化粧品の基剤、台所用洗剤、浴槽洗剤などの洗浄剤の基剤として有用な化合物であり、従来高級脂肪酸またはそのメチルエステルとポリアミンとの反応生成物にモノクロル酢酸ソーダあるいはモノクロル酢酸を反応させて得られるものが知られている。しかし高級脂肪酸より誘導された両性界面活性剤組成物は脂肪酸エステルより誘導する場合に比べ反応温度を高める必要があり、製造中に黄色ないし黄褐色に着色し、化粧品基剤や洗浄剤などの基剤として使う場合、染料の効果を阻害したりまた染料の使用量を増す必要があるといった欠点を有している。このように着色した両性界面活性剤組成物を過酸化水素などの脱色剤で脱色することは脱色剤が皮膚や眼粘膜に刺激を及ぼすことと染料や香料

の動きを阻害するということなどの理由から好ましいものではない。一方高級脂肪族メチルエステルより誘導する場合には、一般に高級脂肪族メチルエステルは天然油脂とメタノールとのエステル交換より誘導され、その後ポリアミンとの反応で副生したメタノールを回収処分するといった煩雑で不利益な工程を要するものである。また人体にとって有害なメタノールの両性界面活性剤中への混入の恐れがあるなどの欠点を有している。

本発明者らは上記欠点のない両性界面活性剤を含有する家庭品洗浄剤用界面活性剤組成物につき研究を重ねた結果、本発明に到達した。

すなわち本発明は天然油脂と一般式(II)



(式中 R_1 、 R_2 、 R_3 および R_4 はそれぞれ独立に H 、 $C_1 \sim C_6$ のアルキル基または $-(CH_2CH_2O)pH$ (但し p は整数) であり m は $0 \sim 4$ の整数、 n は $2 \sim 6$ の整数である) で示されるポリアミン

ビレンジアミン、ヘキサメチレンジアミンなどのポリアルキレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ジヘキサメチレントリアミンなどのポリアルキレンポリアミン、前記ポリアルキレンジアミンやポリアルキレンポリアミンなどのポリアミンの N -置換体 (N -置換体には N -; N 、 N -; N 、 N 、 N' -; N 、 N 、 N' 、 N'' - などの各種置換体を含むものとする。以下同じ) たとえば N -アルキル ($C_1 \sim C_6$) 置換体、 N -ヒドロキシエチル置換体または p が 2 以上の整数の場合の $-(CH_2CH_2O)pH$ 置換体があけられる。上記ポリアミンのうち、好ましいものはポリアルキレンジアミンの N 、 N -ジアルキル置換体、ポリアルキレンジアミンの N -ヒドロキシエチル置換体であり、とくに好ましいものはジメチルアミノプロピルアミン、ジエチルアミノエチルアミン、アミノエチルエタノールアミンである。

本発明で用いられる一般式(II)で示される。

特開昭53-121007(2)

との反応生成物に一般式(II)



(式中 X はハロゲン原子、 R_5 は $C_1 \sim C_6$ のアルキレン基、 M はアルカリ金属である。) で示される化合物を反応させて得られる両性界面活性剤を含有する洗浄剤・家庭品用界面活性剤組成物 (以下本発明の組成物という) である。

本発明で用いられる天然油脂としてはヤシ油、パーム油、ヒマシ油、オリーブ油などの植物油、牛脂などの動物油脂および水素牛脂などの水素天然油脂があげられる。好ましいものはヤシ油、水素牛脂である。

本発明で用いられるアミンは一般式(II)で示されるポリアミンである。一般式(II)において p は $1 \sim 5$ が好ましい。2個の p は同じでもよくまた異なってもよい。また R_4 が複数個存在 (m が $2 \sim 4$) する場合はそれぞれの R_4 は同じでもよくまた異なってもよい。

一般式(II)で示されるポリアミン (以下ポリアミンという) としてはエチレンジアミン、プロ

化合物 (以下一般式(I)の化合物という) において、 X はハロゲン原子であり、たとえば塩素、臭素をあげることができる。 R_5 は $C_1 \sim C_6$ のアルキレン基であり、メチレン、エチレン、プロピレン、イソブチレンなどの基をあげることができる。また M はアルカリ金属であり、ナトリウム、カリウムをあげることができる。

一般式(I)の化合物において、好ましいものはモノクロル酢酸ソーダである。モノクロル酢酸は苛性ソーダの様なアルカリを併用してもよい。

本発明の組成物は天然油脂とポリアミンとの反応生成物に一般式(I)の化合物を反応させることによつて得られる。天然油脂とポリアミンとの反応生成物の製造において、天然油脂の使用量は用いられるポリアミンの種類によつて異なるが通常ポリアミン中の1級または2級アミノ基の1個ないし $1+m$ 個、(m は一般式(II)の m と同じ) 好ましくは1個と反応 (アシル化反応) するに必要な量である。この場合反応生成物は可能な場合にはさらにイミダゾリンにすること

を認めなかつた。

特許出願人 三洋化成工業株式会社

特開 昭53-121007 (5)

This Page Blank (uspto)

もできる。反応温度は通常50～230℃、好ましくは100～180℃、反応時間は通常3～30時間である。触媒はとくに必要はないが苛性ソーダなどの触媒を使用することもできる。反応で副生するグリセリンは除いても良いが除かない方が好ましい。副生するグリセリンは化粧品や洗浄剤調製のさい可溶化剤、低温安定性向上剤、保湿剤などとしての効果を奏することができ好ましい。(後からグリセリンを加えた場合よりも効果がすぐれている)。なお本反応のポリアミンは必要により除去することもできる。

次に上記反応で得られる反応生成物と一般式(1)の化合物との反応(両性化反応)において、一般式(1)の化合物の使用量は反応生成物の種類により異なるが通常、反応生成物中のアミノ基の1個ないし2個+4個(4は前述のものと同一)と反応するのに必要な量、好ましくはアミノ基の少くとも1個をカルボキシアルキル化ないしはベタイン化するに必要な量である。反応温度は

ては一般の陰イオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、両性界面活性剤(本発明の組成物を除く)可溶化剤、希釈剤、香料、染料、螢光染料、防曇剤、無機または有機のビルダー、pH調整剤などの通常の洗浄剤の基剤、補助剤などがあげられる。またヘアーリンス剤として使用する場合も本発明の組成物を水に希釈して使用する場合も通常その使用量は0.1～10重量部(無水物換算)であり、好ましくは1～5重量部である。ヘアーリンス剤の場合も他の成分を併用することができこのような併用可能物としては一般のカチオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、両性界面活性剤(本発明の組成物を除く)可溶化剤、希釈剤、香料、染料、防腐剤、pH調整剤などの通常のヘアーリンス基剤、補助剤などがあげられる。

本発明の組成物は灰色でかつメタノールの様な副生物を含有しない上にシャンプーやヘアーリンス剤などの化粧品基剤に使用した場合には皮膚や眼粘膜に対する刺激性が少なく毛髪に対

特開昭53-121007(3)

通常30～150℃、好ましくは60～100℃、反応時間は通常3～10時間である。触媒はとくに必要としなが使用する場合水が好ましい。pHは苛性ソーダなどのアルカリにより7～8に保つことが好ましい。

このようにして得られた本発明の組成物は、両性界面活性剤の他にグリセリン、グリコール、炭酸ソーダ、食塩などを含有したものであつてもよい。

本発明の組成物は他の界面活性剤を含有していてもよい。

本発明の組成物はシャンプー、ヘアーリンス剤などの化粧品の基剤、台所用洗剤などの洗浄剤の基剤として使用できる。その使用法としてはシャンプー、台所用洗剤などの洗浄剤の基剤として使用する場合、本発明の組成物を水に希釈して使用する。通常その使用量は1～50重量部(無水物換算)であり、好ましくは5～25重量部である。上記において他の成分を併用することができ、このような併用可能物とし

てすぐれた風合いを与えるなどの特徴を有する。また本発明の組成物は、天然油脂を原料としているため安価に製造できるとともに、副生するグリセリンを除去しない場合岩炭としての役割を果し、反応が均一に行われ高性能の組成物が得られる。またこれを水溶液の形とした場合、低温安定性がすぐれているという特徴も有する。

以下実施例により本発明をさらに説明するが本発明はこれに限定されるものではない。

実施例1

ヤシ油650g(1モル)とジメチルアミノプロピルアミン306g(3モル)とを逐次冷却密付き反応容器中で窒素気流下140～160℃で1級アミン価が5以下になるまで4時間反応させた。次いで80℃まで冷却し水1900g、モノクロル酢酸ソーダ386g(3.3モル)を添加し80℃でpHを7～8に保ちながら(反応途中で少量の苛性ソーダを添加)7時間攪拌を続け本発明の組成物を得た。このものの

色相はAPHA法で120であつた。

比較例 1

ヤシ油脂脂肪酸630g(3モル)とジメチルアミノプロピルアミン306g(3モル)とを連続冷却器付き反応容器中で窒素気流下170~180℃で1級アミン価が5以下になるまで6時間反応させた。次いで実施例1と同様の方法でモノクロル酢酸ソーダと反応させ両性界面活性剤組成物を得た。この組成物の色相はAPHA法で300であつた。

実施例 2

ヤシ油650g(1モル)とアミノエチルエタノールアミン312g(3モル)とを連続冷却器の付いた反応容器中で窒素気流下150~160℃で1級アミン価が5以下になるまで4時間反応させ、次いで同温度で50mmHgの条件下生成水を留出させながら15時間反応させた。次いで常圧にもどし、30℃まで冷却して水1800g、モノクロル酢酸ソーダ585g(5モル)を添加し80℃でpHを7~8に保

ちながら(反応途中で少量の苛性ソーダにてpHを調整する)7時間攪拌を続け本発明の組成物を得た。この組成物の色相はAPHA法で140であつた。

比較例 2

ヤシ油脂脂肪酸630g(3モル)とアミノエチルエタノールアミン312g(3モル)とを連続冷却器の付いた反応容器中で窒素気流下170~180℃で1級アミン価が5以下になるまで6時間反応させ、次いで150~160℃で50mmHgの条件下生成水を留出させながら15時間反応させた。次いで実施例2と全く同様の方法でモノクロル酢酸ソーダと反応させ両性界面活性剤組成物を得た。この組成物の色相はAPHA法で400であつた。

実施例 3

水牛脂肪860g(1モル)とジエチルアミノエチルアミン360g(3.1モル)を実施例1と同様の方法で反応せしめた後、過剰のジエチルアミノエチルアミンを留出した。次いで水

8000gモノクロル酢酸ソーダ410g(35モル)を添加し実施例1と同様の方法で本発明の組成物を得た。この組成物の色相はAPHA法で100であつた。

実施例 4

下記の処方地1、処方地2によりシャンプーを得た。このものを使用すると豊かな泡立ちがあり、洗髪後は髪にしなやかさを与えた。

処方地 1

ラウリル硫酸トリエタノールアミン 15g
(40%水溶液)

ヤシ油脂脂肪酸ジエタノールアミド 5

実施例1で得た本発明の組成物 30

香料、染料 微量
水 50

処方地 2

ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム 10g
(30%水溶液)

ヤシ油脂脂肪酸ジエタノールアミド 5

実施例3で得た本発明の組成物 35

香料、染料 微量
水 50

実施例 5

実施例3で得た本発明の組成物 20g

プロピレングリコール 5

水 75

上記組成よりなる液に微量の香料および染料を溶解させてクエン酸にてpHを4にしたヘアーリンス剤を調製しこれを100倍の水で希釈して使用すると、毛髪の平滑性および柔軟性が増大し触感が良好となり歯磨りよく、容易に整髪を行うことができた。

実施例 6

実施例1,2および3で得られた本発明の組成物の各々2% (有効成分換算) 水溶液を用いてパッチテストによる皮膚一次刺激試験を行つた。すなわち男女各15名の上腕内側部に試料を塗布したリント布を貼布しその上をパッチテスト用絆創膏で固定し、48時間後に紅斑その他の変化の有無をしらべたところすべての者に異常

EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 53121007
PUBLICATION DATE : 23-10-78

APPLICATION DATE : 31-03-77
APPLICATION NUMBER : 52037229

APPLICANT : SANYO CHEM IND LTD;

INVENTOR : NAGAI KUNIO;

INT.CL. : C11D 1/88 A61K 7/06

TITLE : SURFACE ACTIVE AGENT COMPOSITION FOR COSMETICS AND DETERGENTS

ABSTRACT : PURPOSE: The title surface active agent composition having improved low temperature stability and little irritant action on skin and eye mucous membranes, comprising an ampholytic surface active agent obtained by reacting a specific compound with a reaction product of natural fats and oils and a polyamine.

COPYRIGHT: (C)1978,JPO&Japio

COPYRIGHT: (C) JPO

This Page Blank (uspto)